PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number:

08-059840

(43) Date of publication of application: 05.03.1996

(51)Int.Cl.

C08J 3/16

// C08L101:00

(21)Application number : 06-223953

(71)Applicant: KONICA CORP

(22)Date of filing:

26.08.1994

(72)Inventor: KAMIYAMA MIKIO

HAYASHI KENJI KIKUCHI TOMOE

(54) NONSPHERICAL POLYMER PARTICLE AND ITS PRODUCTION

(57)Abstract:

PURPOSE: To obtain polymer particles having a narrow particle size distribution and suitable for a toner etc.. by treating a liq. dispersion of particles of a polymer having ionically dissociatable groups (e.g. acrylic acid groups) with an electrolyte, a solvent, and a nonionic surfactant to form agglomerates and thermally fusing the particles in the agglomerates. CONSTITUTION: Nonspherical polymer particles are formed by treating a liq. dispersion of particles of a polymer (A) having ionically dissociatable groups with an electrolyte (B) in a concn. higher than the critical agglomeration concn. of the dispersion, an org. solvent (C) infinitely sol. in water and a nonionic surfactant (D) to form agglomerates and thermally fusing the particles in the agglomerates. Component A is obtd. e.g. by copolymerizing a monomer having a carboxyl, sulfo, or amino group, etc., pref. by emulsion polymn.. and may be compounded with a pigment, a dye, etc., if required. Component B is pref. a salt of a monovalent metal. Component C is pref. methanol, etc. Using component D in a concn. higher than one-half the critical micelle concn. prevents excess agglomeration. The nonspherical polymer particles, having a narrow particle size distribution, is suitably used for an electrophtographic toner and a carrier for a physiologically active substance.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

02.02.2001

[Date of sending the examiner's decision of

rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

3415939

[Date of registration]

04.04.2003

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]



数(A) ধ 盐 华 噩 么 (22) (19)日本国物部庁 (JP)

(11) 格許出職公開44年

特開平8-59840

(43)公開日 平成8年(1996)3月5日

技格表示箇所 **F**

广内整理器号

数到記事

3/16 C 0 8 L 101:00

C08J

31) Int Q.

全13月 **梅草語水 未確水 超水塔の数11 FD**

自然選集は	佐田立 6 — 9720年3	071) HE ENT A 000001970	000001270
			コニカ株式会社
(22) 出取日	平成6年(1994)8月28日		東京都新宿区西新宿1丁目28番24
		(72) 発明者	神山 幹夫
			東京都日野市さくら町1番路 コン
			会社内
		(72) 発明者	英 東西
			東京都日野市さくら町1番地 コン
			会社内
		(72)発明者	新 均 他们
			東京都日野市さくら町1番地 コ:
			会社内
		(74) 代理人	弁理士 岩間 芳雄

コン本人

コン林北

ニカ株式

[54] [発明の名称] 瓜合体非財務粒子及びその製造方法

[24] [班約]

法、並びに、 顕料、帯電制御剤、定着性改良剤等の 盗加 カブリ、飛散等が生じにくい電子写真用トナー及び生理 括性物質を固定する表面積が大きく、かつ、反応液を通 液した際の圧損失が小さい生理活性物質固定用担体を提 [目的] 小粒径であり、粒度分布が狭く、充分な機械 的強度を有する非球形粒子を高収率で製造できる製造方 却を均一に分散でき、帯配分布が優れ、解像度が高く、 供すること。

降する有機商媒及びノニオン界面活性剤で処理し、複数 【構成】 イオン性解離器を有する瓜合体粒子を、瓜合 **本粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質、水に無限溶** 聚集粒子を構成する重合体粒子間を加熱融格する非球形 国の瓜合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次いで、 位子の製造方法。

[醇來項3]

/ 基、第四級アンモニウム塩基から選択される少なくと ン解離基が、カルボキシル基、スルホキシル基、ホスホ も一種のイオン解離基であることを特徴とする請求項1 シル基、第一般アミノ基、第二級アミノ基、第三級アミ ~3 配載の非球形粒子の製造方法。

ン解離基の一部又は全部を解離状態にすることを特徴と [購水項 5]

g) +50℃の温度範囲で行うことを特徴とする請求項 【間水項 6】 加熱融着を、重合体粒子のガラス転移温 度 (Tg) -5℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (T

に真球状になるため、電子写真プロセスにおいてクリー

ニングが困難であった。

【請求項7】 水に無限溶解する有機溶媒が、メタノー ル、エタノール、1ープロパノール、2ープロパノール 【間求項8】 間求項1~7記載の製造方法で得られた から選択される少なくとも一種の有機溶媒であることを 特徴とする請求項1~6記載の非球形粒子の製造方法。

【請求項9】 請求項8記載の非球形粒子を有すること を特徴とする電子写真用トナー。

【簡求項10】 簡求項8記載の非球形粒子よりなるこ とを特徴とする生理活性物質固定用担体。

リセプター、デオキシリボ核酸、リボ核酸から選択され た少なくとも一種の生理活性物質であることを特徴とす 【闡求項 1 1】 生理括性物質が、酵素、抗原、抗体、 5 請求項10記載の生理活性物質固定用担体。

[発明の詳細な説明]

[産業上の利用分野] 本発明は、非球形粒子及び非球形

「特許請求の範囲」

重合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質、水に無 複数個の重合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次い で、凝集粒子を構成する重合体粒子間を加熱融格するこ イオン性解職基を有する瓜合体粒子を、 限溶解する有機溶媒及びノニオン界面括性剤で処理し、 とを特徴とする非球形粒子の製造方法。

よう用いることを特徴とする請求項1配数の非球形粒子 【開欢項2】 ノニオン界面活性剤を、散ノニオン界面 活性剤の臨界ミセル形成濃度の1/2以上の濃度になる の製造方法。

イオン解離基を有する鼠合体粒子が、顔 料,染料、定着性改良剤、帯電制御剤の中から選択され る少なくとも一種の成分を有する瓜合体粒子であること を特徴とする請求項1~2配載の非球形粒子の製造方 イオン解離基を有する重合体粒子のイオ [開水項4]

イオン解離基を有する重合体粒子のイオ する間求項1~4 配載の非球形粒子の製造方法。

~5 記載の非球形粒子の製造方法。

非球形粒子。

粒子の製造方法に関し、さらに群しくは、電子写真、静 電記録、静電印刷などにおける静電画像を現像するため のトナーの製造、生理活性物質固定化用担体に用いるに 適した非球形粒子及び非球形粒子の製造方法に関する。

8

には、各種肌合法で得られる樹脂にカーボンブラック苺 出し穀等により溶散退換し、次いで粉砕、分扱すること [発明の背景] 従来、電子写真、静電記録、静電印刷な どにおける静虹画像を現像するためのトナーは、一般的 の着色剤、帯配制御剤、磁性体等を乾式で混合し、押し により製造されている。 [0003] また、トナーを、カーポンプラック等の着 とにより直接トナーを製造する方法、乳化瓜合により生 58号公報、特開平4-284461号公報) も提案さ へ分散混合したものを木相中に分散し、懸渇皿合するこ 成した瓜合体粒子を用いる方法(特開昭60-2203 色剤、帯電制御剤、及び/又は磁性体を適宜モノマー中 れている。 【0004】しかしながら、樹脂等を溶験混練し、粉砕 ていた。更に、懸濁重合法で製造されるトナーは基本的 してトナーを得る方法は、トナー粒子の粒径の削御に限 界があり、小粒径のトナーを収率良く製造することが困 難であるばかりでなく、頗料、帯電制御剤、定婚性改良 **刺等の添加剤の分散が不均一となり、トナー粒子の帯配** 分布がプロードになり易いという欠点を有していた。そ た。また、懸濁瓜合法によりトナー粒子を直接製造する 方法も、小粒径の粒子を得ることが困難であるばかりで なく、その粒度分布は非常に広いものとなる欠点を有し の結果、解像度が低く、カブリ、飛散等が生じ易かっ

った。更に、特開平4-284461号公報に開示され 非球形粒子を得るものであるが、これらは各分散粒子の ゼータ電位を厳密に調節すること、顕科分散粒子と近合 体粒子の平均粒径には大きな差があり、これら大粒子と 小粒子の比率を厳密に定めないと平均粒径、粒度分布の [0005] 一方、特開昭60-220358号公報及 所留の粒径、粒度分布にするために分級をする必要があ た方法は、顔料分散粒子と瓜合体粒子のゼータ配位を関 制御が困難となってしまう。また、これら方法では強固 に一体化した非球形粒子が得難く、充分な機械的強度を 真球状ではない非球形粒子を得ることが可能であるが、 粒径、粒度分布を制御することが困難で、反応終了後、 整し、筋料分散粒子と瓜合体粒子を電気的に凝集させ、 び特開平4-284461号公報に開示された方法は、

[0006] また、特願平5-115572号明細番に 機溶媒を加え、血合体のガラス転移温度以上の温度で加 熱融着し非球形粒子を得ることが提案されている。この 粒度分布の制御が容易で、しかも、充分な機械的強度を は、重合体粒子分散液に、この重合体粒子分散液の臨界 凝集設度以上の凝集剤を加え、更に水に無限治解する有 方法によると上記の欠点を改容することができ、粒径、 有していない。

有する粒子を得ることができるが、肌合体粒子が反応容

器の器腔や撹拌翼に凝集し易く、収率の低下をもたらし

彼を通彼した際、圧損失が大きくなってしまう。反応液 を通波した際の圧損失を小さくするには、球状蛋合体ビ 性物質固定用担体において、生理活性物質の固定化量を **団体の安面積を大きくするには、球状瓜合体ピーズの粒** 怪を小さくすればよいが、球状宜合体ピーズの粒径を小 さくすると、担体をカラム等の反応容器に充填し、反応 質の固定化量が少なくなり、反応性の低下をもたらして した際の圧損失が小さい生理活性物質固定用担体の出現 **ーズの粒径を大きくすればよいが、それでは生理活性物** しまう。従って、表面積が大きく、かつ、反応液を通液 常、球状瓜合体ビーズが用いられている。これら 生理店 怕やすためには担体の装面積を大きくする必要がある。 [0007] 生理活性物質を固定化する担体には、通 が求められていた。

であり、粒度分布が狭く、かつ、充分な機械的強度を有 [発明の目的] 従って、本発明の第1の目的は、小粒径

[0009] 本発明の第2の目的は、小粒径であり、粒 度分布が快く、かつ、充分な機械的強度を有する非球形 粒子を高収率で製造できる製造方法を提供することにあ する非球形粒子を提供することにある。

布が優れ、解像度が高く、カブリ、飛散等が生じにくい **剤、定着性改良剤等の添加剤を均一に分散でき、帯配分** 【0010】本発明の第3の目的は、顔料、帯虹剣御 電子写真用トナーを提供することにある。

[0011] 本発明の第4の目的は、生理括性物質を固 **定する袋面積が大きく、かつ、反応液を通液した際の圧** 損失が小さい生理活性物質固定用担体を提供することに

[0012]

[発明の構成] 本発明の上配目的は、

(1) イオン性解離基を有する重合体粒子を、重合体粒 る有機溶媒及びノニオン界面活性剤で処理し、複数個の 位子を構成する瓜合体粒子間を加熱酸増することを特徴 子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質、水に無限溶解す **肌合体粒子が会合した凝集粒子を形成し、次いで、凝集** とする非球形粒子の製造方法。 (2) ノニオン界面活性剤を、散ノニオン界面活性剤の 臨界ミセル形成濃度の1/2以上の濃度になるよう用い ることを特徴とする上記(1)配載の非球形粒子の製造

塩基が好ましい。

くとも一種の成分を有する瓜合体粒子であることを特徴 4、定格性改良剤、帯電制御剤の中から選択される少な (3) イオン解離基を有する重合体粒子が、顕料, 染 とする上記 (1) ~ (2) 記載の非球形粒子の製造方 (4) イオン解離苔を有する近合体粒子のイオン解離苔 50 ルポキシル基、スルホン酸盐、リン酸盐、アミノ 巷 (第

第一級アミノ基、第二級アミノ基、第三級アミノ基、第 四級アンモニウム塩基から選択される少なくとも一種の が、カルポキシル基、スルホキシル基、ホスホシル基、 イオン解離基であることを特徴とする上記(1)~

(3) 配載の非球形粒子の製造方法。

(5) イオン解離基を有する風合体粒子のイオン解離基 9一部又は全部を解離状態にすることを特徴とする上配

(6) 加熱融増を、低合体粒子のガラス転移温度 (T (1) ~ (4) 記載の非球形粒子の製造方法。

g) - 5℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) + 50℃の温度範囲で行うことを特徴とする上配(1)~ (5) 配載の非球形粒子の製造方法。

1ール、1ープロパノール、2ープロパノールから選択 される少なくとも一種の有機溶媒であることを特徴とす (1) 水に無限溶解する有機溶媒が、メタノール、エタ 5上記(1)~(6)記載の非球形粒子の製造方法。

(8) 上記 (1) ~ (7) 記載の製造方法で得られた非

以形粒子。

(9) 上記 (8) 記載の非球形粒子を有することを特徴

(10) 上記(8) 記載の非球形粒子よりなることを特 散とする生理活性物質固定用担体 とする電子写真用トナー。

(11) 生理活性物質が、酵素、抗原、抗体、リセプタ - 、デオキシリボ核酸、リボ核酸から選択された少なく とも一種の生理活性物質であることを特徴とする上記

(10) 記載の生理括性物質固定用担体。 によって遊成された。

[0013]以下、本発明について詳しく説明する。

【0014】先ず、本発明に用いられるイオン性解離基 水に無限溶解する有機溶媒、ノニオン界面括性剤につい を有する肌合体粒子、肌合体粒子を凝集させる電解質、 て順次説明する。

【0015】本発明においては、重合体粒子はイオン性 解粧基を有している。

基、第二級アミノ基、第三級アミノ基、第四級アンモニ 第一級アミノ盐、第三級アミノ基、第四級アンモニウム 【0016】イオン性解離勘とは、例えば、カルポキシ ウム塩基等のイオンに解離することができる基をいい、 本発明においては、カルボキシル基、スルホキシル基、 ル益、スルホキシル盐、ホスホシル盐、第一級アミノ

ることができる。また、イオン性解腱基を有する単量体 のエステル等に、必要に応じて他の単量体を添加し、重 合し、得られた重合体を加水分解することによっても得 【0017】 瓜合体粒子へのこれらイオン性解離基の導 入は、例えば、イオン性解離基を有する単量体に、必要 に応じて他の単量体を添加し、重合することによって得 ることができる。

【0018】イオン性解離性基を有する単位体とは、カ

第四級アンモニウム塩等の基が単量体構造中に含まれる -級アミン、第二級アミン、第三級アミン等を含む) 単量体をいう。 [0019] 具体例としては、例えば、カルポキシル苺 ステル等が挙げられ、スルホン酸基を有する単畳体とし プロピルメタクリレート、3ークロロー2ーアシッドホ を含む単量体としては、アクリル酸、メタクリル酸、マ 1酸モノアルキルエステル、イタコン酸モノアルキルエ - スルホエチルメタクリレート及びこれらの塩等が挙げ ホオキシエチルメタクリレート、アシッドホスホオキシ ては、スチレンスルホン酸、アリルスルホコハク酸、2 られ、リン酸基を有する単量体としては、アシッドホス イレン酸、イタコン酸、ケイ皮酸、ファール酸、マレイ **ーアクリルアミドー2ーメチルプロパンスルホン酸、** スホオキシプロピルメタクリレート等が挙げられる。

あるいは任意N上で炭素原子数1~18のアルキル巷で ド、又はNを環員として有する複素環で置換されたビニ [0020] 更に、アミノ勘を有するアクリル (メタク りル)酸エステル又はアクリル(メタクリル)酸アミド ル化合物及びN,N-ジアリルアルキルアミン或いはそ モノ又はジ置換されたアクリル (メタクリル) 酸アミ の第四級アンモニウム塩が挙げられる。

ヒドロキシー3 - メタクリルオキシプロピルトリメチル 【0021】これらアクリル (メタクリル) 酸エステル の具体例として、ジアルキルアミノアルキル(メタ)ア ト、ジメチルアミノエチルメタアクリレート、ジエチル クリレート等)及びこれらの敵塩又は第四級アンモニウ クリレート (例えば、ジメチルアミノエチルアクリレー アミノエチルアクリレート、ジエチルアミノエチルメタ ム塩、3ージメチルアミノフェニルアクリレート、2ー アンモニウム塩苺を挙げることができる。

[0022] Nを現員として有する複案環で配換された ジアリルメチルアンモニウムクロリド、N, Nージアリ ビニル化合物及びN,N-ジアリルアルキルアミン或い **どニルどリジン、ビニルピロリドン、ピニルイミダゾー** ル及びこれらの第四极アンモニウム塩、更に、N, N-はその第四級アンモニウム塩の具体例として、例えば、 ルエチルアンモニウムクロリド等を挙げることができ [0023] 更に、ピニルベンジルクロライド、ピニル も用いることが可能である。例えば、このまま共重合成 フェネチルクロライド等の活性ハロゲンを有する単量体 分として、共重合を行った後に適当なアミンを用い、3 級アミン又は第四級アンモニウム塩にすることも可能で ある。又、ジアルキルアミン或いは第四級アンモニウム 塩として共重合することもできる。例えば、ビニルベン ジルクロライドにジアルキルアミンをモノマーに反応政 いは高分子反応で導入することができる。

誘導体、例えば、スチレン、ローメチルスチレン、ロー s ム、マグネシウム等のアルカリ土螺金属の塩、マンガ 【0024】また、他の単量体の例としては、スチレン

クロルメチルスチレン、0ークロルメチルスチレン、D ーヒドロキシスチレン、0−ヒドロキシスチレン簪が**塔** メチルスチレン、ロークロルスチレン、ロークロルスチ pーエトキシスチレン、pーブトキシスチレン、2,4 ージメチルスチレン、2,4ージクロルスチレン、Dー げられる。また、 (メタ) アクリル酸メチル、 (メタ) (メタ) アクリル酸2-エチルヘキシル、 (メタ) アク レン、ローメトキシスチレン、ローメトキシスチレン、 アクリル酸エチル、(メタ)アクリル酸nーブチル、

りル酸シクロヘキシル、(メタ)アクリル酸ドデシル等 アクリロニトリル、メタアクリロニトリル苺のニトリル ル等のどニルエーテル系単量体、酢酸とニルや酪酸とニ ン、インプレン、クロロプレン、ジメチルブタジエン苺 **系単畳体、ピニルメチルエーテル、ピニルエチルエーテ** の共役ジエン類等も挙げられる。これらは必要に応じて の(メタ)アクリル酸エステル類も挙げられる。また、 ン、イソブチレン梅のオレフィン系単量体、ブタジエ ル等のビニルエステル系単量体、エチレン、プロピレ 単独又は二種以上で用いられる。

[0025] これら上記各種単量体は、目的に応じ、例 えば、所鈕のガラス転移温度、消融温度等が得られるよ うに選択される。

[0026] 本発明に係る重合体は、従来公知の、例え [0027] 得られた重合体が重合体粒子でない場合、 14、乳化血合法、懸濁血合法、分散血合法、沈殿血合 **法、界面重合法によって得ることができる。**

得られた重合体を微粉化することによって、重合体粒子 を得ることができる。

[0028] 本発明においては、乳化血合法により合成 [0029] 瓜合体粒子には、頗料、染料、定遊性改良 剤、帯電制御剤等の種々の添加剤を混入することができ されたイオン性解離基を有する肌合体粒子が好ましい。

彼された、着色剤等を含有する瓜合体粒子を好ましく用 [0030] 本発明の非球形粒子を電子写真用トナーと 7142号明細盤、同5-149186号明細審尊に配 して用いる場合には、瓜合体粒子として、特願平5-4 いることができる。

[0031] これら取合体粒子は、臨界ミセル形成機度 色剤等を分散し、水を添加して界面活性剤の濃度を散界 面括性刺の臨界ミセル形成邊度 (CMC) 以下になるよ うに希釈し、所望のイオン性解離基を有する単量体及び で温度を昇温し、重合開始剤を添加し、必要な時間瓜合 (CMC) 以上の改度で界面活性剤を含有する水相に着 的の単盤体を添加し、一定速度で撹拌しつつ宜合温度ま を行うことによって得ることができる。

一価の金属、倒えば、ナトリウム、カリウム、リチウム 梅のアルカリ金属の塩、二価の金属、例えば、カルシウ 【0032】 瓜合体粒子を凝集させる電解質としては、

3

特周平8-59840

7、銅箏の二箇の金属の塩、鉄、アルミニウム箏の三価 の金属の塩が挙げられる。具体的な例としては、塩化ナ トリウム、塩化カリウム、塩化リチウム、塩化カルシウ ム、塩化亜鉛、硫酸銅、硫酸マグネシウム、硫酸マンガ 5。特に一価の金属塩は、凝集をコントロールするのに ソ、塩化アルミニウム、塩化鉄等を挙げることができ

して、メタノール、エタノール、プロパノール、イソブ [0033] 水に無限溶解する有機溶媒としては、瓜合 ルコール類、アセトニトリル、ジオキサン等が挙げられ 体粒子を溶解しないものの中から選択される。 具体例と エトキシエタノール、ブトキシエタノール苺の水溶性ア る。これらのうち、メタノール、エタノール、1ープロ パノール、2 — プロパノールから選択される有機溶媒が ロパノール、tert-ブタノール、メトキシエタノール、

[0034] 本発明に用いるノニオン界面括性剤は、特 する有機溶媒が混和された水溶液に溶解するものであれ :限定されるものではなく、水溶性で且つ水に無限溶解 ばいずれでもよい。

オン性界面括性剤、カチオン性界面括性剤、両性界面括 [0035] 本発明においてノニオン界面活性剤は、臨 収率が低下するのを防止する。この効果は、本発明に係 **科技集漫度以上の電解質及び水に無限溶解する有機溶媒** の添加によって生起される凝集が過度に進行し、近合体 粒子が反応容器の壁、枕枠機等に付着し、非球形粒子の るノニオン界面括性剤以外の界面活性剤、例えば、アニ 在却では得ることができない。

子分散剤が多用されているが、一般的用いられている高 [0036]また、固体分散粒子の分散安定化には高分 分子分散剤は、湿度環境の変化により空気中の水分を吸 分子分散剤は水溶性皿合体であり、これら水溶性皿合体 粒子安面への吸着された木溶性瓜合体を洗浄によっ て除去することは困難である。非球形粒子に残存した高 は、本発明の瓜合体粒子表面への吸染能が大きく、ま

B度の凝集生起を防止し、高収率で非球形粒子を得るこ [0037] ノニオン界面括性剤は、これら欠点が無く とが可能である。

[0038] ノニオン界面活性剤は、一般的に、ポリエ トレングリコール型、多価アルコール脂肪酸エステル 型、多価アルコール脂肪酸部分エステル型に大別され

分と親水性成分とを有しており、疎水性成分と親水性成 【0039】これらのノニオン界面括性剤は、疎水性成 分の組み合わせによって、ノニオン界面活性剤が規定さ [0040] 親水性成分としては、例えば、ポリエチレ 50

>0]、ポリプロピレンオキシド (PO) [- (C3H6 **或分としては、例えば、高数アルコール、高級チオアル** ノールアミンに由来する成分が挙げられ、また、疎水性 コール、アルキルフェノール、ポリプロピレングリコー ル、高級脂肪酸、高級アミン、高級脂肪族アミド、油脂 ングリコール [HO (C2H4O) n-1C2H4OH]、ポ リエチレンオキシド (EO) [- (C2H4O) n-、n O) n-、n>0]、グリセリン、ソルビタン、ジエタ に由来する成分が挙げられる。

【0041】本発明に用いられるノニオン界面括性剤に おける親木性成分と疎水性成分の組合わせとしては、下 兄のものを挙げることができる。

ポリエチレングリコールと高級脂肪酸の組合わせ

[0042]

RC00(C,H,O),-1 C,H,OH

RCOO(C,H,O),-1 C,H,COOR

高級アルコールまたはチオアルコールとポリエチレン

オキシド、ポリプロピレンオキシドの組合わせ

[0043] [462]

RS(EO)(PO)H

RO(E0)(PO)H

アルキルフェノールとポリエチレンオキシド、ポリプ ロどレンオキシドの組合わせ

[0044]

(4k3)

^R × → 0(E0)(P0)H

ポリエチレンオキシドとポリプロピレンオキシドの組

[0045]

HO(EO)(PO)(EO)H [4]

収するので、非球形粒子を電子写真用トナーに用いる場

合、トナーの帯電性能が環境によって大きく変動してし

高級脂肪酸とエチレンオキシド、ソルビタンエステル の組み合わせ

[0046]

高級アミンとエチレンオキシドの組み合わせ

[0047]

[466]

(BO)H

高級脂肪酸アミドとエチレンオキシドの組み合わせ

[487]

CON(EO)H

(E0)H RCOK

油脂とエチレンオキシドの組み合わせ

[0049]

[4k8]

(оа)он H,00CR

с**н,**0(во)н

- 高級脂肪酸とグリセリンエステルの組み合わせ

[0000]

CH,000CR снон CH,OH 高級脂肪酸とソルビタンエステルとの組み合わせ

[0051] [K10]

高級脂肪酸とジエタノールアミンの組み合わせ CHCH, OCOR

CH,CH,OH сн,сн,он RCON [0052]

き合成品は一般的に分子量分布を持った分岐状または直 鎖状の高級アルキル葢である。また、高級アミン及び油 脂におけるRは炭素数6~22の飽和、不飽和アルキル 上記一般式中のRは、動植物油脂類に由来するものを除

蒸気圧降下法、表面强力法、色素滴定法、屈折率法、伝 [0053] 本発明における、ノニオン界面活性剤の臨 界ミセル形成濃度(以下、CMCと略配する。)は常法 に従い測定することが可能である。例えば、光散乱法、

9

特開平8-59840

る。本発明において、CMCは、瓜合体水性分散液に溢 た、界面括性剤のCMCは温度、共存イオン、共存有機 おいては、添加される水性分散系を基準にして求めた値 溶媒等によって異なることが知られているが、本発明に 尊度法等により求めることができる。これら測定法は、 「改訂三版 油脂化学便覧」(福客 日本油化学協会、 1990年、九曾(株)発行、東京)に配近されてい 加したときの室温における濃度を基準としている。ま

【0054】以下に、本発明に用いることができるノニ オン界面活性剤の具体例を示す。なお、参考のために、 CMCの値を記載する。

(a-2) $CH_3CH(CH_3)CHO-(CH_2CH_2O)$ (a) アルキルポリオキシエチレンエーテル類 (a-1) $C_4H_9O-(CH_2CH_2O)_6H$ [CMC=760ミリモル/1]

[CMC=880ミリモル∕1]

(a-3) n-C₆H₁₃O-(CH₂CH₂O)_nH $[n=4, 5: CMC = 90 ? U \in h / 1]$ $[n=3: CMC=100 = 9 + \nu/1]$

[n=6:CMC=7439781]

(a-4) n-C₈H₁₇O-(CH₂CH₂O)_nH

 $[n=1:CMC=4,\ 9>1+\nu/1]$

[n=6:CMC=9.9?J + l / 1] $[n=3:CMC=7.5:9 \pm n / 1]$

(a-5) n-C10H21O-(CH2CH2O)nH n = 9 : CMC = 13 ? 9 + 2 / 1

 $[n=4:CMC=0.64 \le U \in \nu / 1]$ $[n=3:CMC=0.6 = 9 + 2\nu/1]$ 8

[n=5:CMC=0.9?9 + v/1]

(a-6) $n-C_{12}H_{25}O-(CH_2CH_2O)_nH$ $n = 9 : CMC = 1. \ 3 \ge 9 \ge n / 1$

 $n=6:CMC=0.08239\pi\nu/1]$ n = 5 : CMC = 0.04 ? U + h / 1

 $n=7:CMC=0.083U \pm \mu / 1$ $n=9:CMC=0.1394\pi/1]$ $n=12:CMC=0.14 \pm h/1$

質、水に無限溶解する有機溶媒及ぴノニオン界面活性剤 で処理し、複数個の重合体粒子が会合した凝集粒子を形 本発明の非球形粒子は、イオン性解離益を有する肌合体 成し、次いで、凝集粒子を構成する瓜合体粒子間を加熱 融着することにより形成されるが、イオン性解離基を有 の虹解質、水に無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面 する近合体粒子、近合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上 粒子を、狙合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解

具体的に示すが、本発明の非球形粒子の製造方法は下記 [0055]以下に、本発明の非珠形粒子の製造方法の 括性剤の添加順序は特に限定されない。

の具体例によって限定されるものではない。

[0056] 製造方法[1]

吐合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質または電 ①イオン性解離基を有する血合体粒子の水性分散液に、 解質の木油液を添加する。

体粒子の木性分散液に、水に無限溶解する有機溶媒を添 ②上記電解質が添加されたイオン性解離勘を有する重合

③上記混合液に、ノニオン界面活性剤またはノニオン界 面括性剤の水溶液を添加する。 ④上配混合液を狙合体粒子のガラス転移温度(Tg)-5 ℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50 ℃ の温度範囲に加熱し、凝集粒子の瓜合体粒子間を加熱酸 着させ、非球状粒子を得る。

[0057] 製造方法 [2]

瓜合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質または電 ①イオン性解離基を有する宜合体粒子の水性分散液に、 解質の水溶液を添加する。

②上記電解質が添加されたイオン性解離基を有する狙合 体粒子の水性分散液に、ノニオン界面活性刺またはノニ オン界面活性剤の水溶液を添加する。

③上記現合液に、水に無限溶解する有機溶媒を添加す

③上記混合液を置合体粒子のガラス転移温度(Tg)-5℃乃至肌合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃

の温度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱酸 替させ、非球状粒子を得る。

①イオン性解離基を有する重合体粒子の水性分散液に、 [0058] 製造方法[3]

水に無限溶解する有機溶媒を添加する。

②上記水に無限溶解する有機溶媒が添加されたイオン性 分散液の臨界凝集濃度以上の電解質または電解質の水溶 解離基を有する瓜合体粒子の水性分散液に、瓜合体粒子 資を添加限合する。

③上記混合液に、ノニオン界面活性刺またはノニオン界 固括性剤の水溶液を浴缸する。

③上記混合液を瓜合体粒子のガラス転移温度(Tg)-の温度範囲に加熱し、凝集粒子の瓜合体粒子間を加熱酸 5 ℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度(Tg)+50℃ 着させ、非球状粒子を得る。

[0059] 製造方法[4]

①イオン性解離基を有する肌合体粒子の水性分散液に、 水に無限溶解する有機溶媒を添加する。 ②上記水に無限溶解する有機溶媒が添加されたイオン性 面括性刺またはノニオン界面活性剤の水溶液を添加現合 解離基を有する直合体粒子の水性分散液に、ノニオン界

③上記混合液に、瓜合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上

5 ℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃ ∞ ①上配混合液を取合体粒子のガラス転移温度(Tg)-の配解質または電解質の水溶液を添加する。

の温度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱酸 着させ、非球状粒子を得る。

[0060] 製造方法[5]

ノニオン界面活性剤またはノニオン界面活性剤の水溶液 ①イオン性解離基を有する風合体粒子の水性分散液に、 を添加する。

②上記ノニオン界面括性剤が添加されたイオン性解離基

を有する瓜合体粒子の水性分散液に、瓜合体粒子分散液 の臨界凝集濃度以上の電解質または電解質の水溶液を添 ③上記現合液に、水に無限溶解する有機溶媒を添加す

으

④上記混合液を重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) — 5 ℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50 ℃ の温度範囲に加熱し、凝集粒子の瓜合体粒子間を加熱融 着させ、非球状粒子を得る。

[0061]製造方法[6]

①イオン性解離基を有する国合体粒子の水性分散液に、

ノニオン界面活性刺またはノニオン界面活性剤の水溶液 を添加する。

②上記ノニオン界面活性剤が添加されたイオン性解離基

を有する重合体粒子の水性分散液に、水に無限溶解する 有機溶媒を添加混合する。

③上記遺合液に、重合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上 ①上配混合液を重合体粒子のガラス転移温度(Tg)-の電解質または電解質の水溶液を添加する。

5 ℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50 ℃ の温度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱融 着させ、非球状粒子を得る。

[0062]製造方法[7]

宜合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質と水に対 して無限帝解する有機溶媒の混合物又は散混合物の水浴 ①イオン性解離基を有する風合体粒子の水性分散液に、 資を設計する。

②上配混合液に、ノニオン界面活性剤またはノニオン界 面活性剤の水溶液を添加する。

5℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃ ③上配混合液を瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) ー の温度範囲に加熱し、凝集粒子の宜合体粒子間を加熱酸 着させ、非球状粒子を得る。

[0063] 製造方法[8]

狙合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質とノニオ ①イオン性解離基を有する重合体粒子の水性分散液に、 ン界面活性剤の混合物又は散混合物の水溶液を添加す

②上記現合液に、水に対して無限溶解する有機溶媒を添 ③上記混合液を直合体粒子のガラス転移温度(Tg)- 5℃乃至瓜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃ の温度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱酸

13

着させ、非球状粒子を得る。

[0064] 製造方法[9]

水に対して無限溶解する有機溶媒とノニオン界面活性剤 ①イオン性解離基を有する监合体粒子の水性分散液に、 の混合物又は散混合物の水溶液を添加する。

②上記混合液に、重合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上 の電解質または該電解質の水溶液を添加する。 ③上記混合液を重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) ー の温度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱融 5℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃ 着させ、非球状粒子を得る。

[0065] 製造方法[10]

して無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面活性剤の混 **重合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質、水に対** ①イオン性解離基を有する頂合体粒子の水性分散液に、 合物又は散混合物の水溶液を添加する。

②上記混合液を重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) ー 5 ℃乃至宜合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50 ℃ の湿度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱酸 着させ、非球状粒子を得る。

[0066] 製造方法[11]

①重合体粒子分散液の臨界凝集濃度以上の電解質、水に 対して無限溶解する有機溶媒及びノニオン界面括性剤の 混合物又は眩混合物の水溶液に、イオン性解離基を有す る重合体粒子の水性分散液を添加する。

②上記混合液を重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) — 5℃乃至重合体粒子のガラス転移温度 (Tg) +50℃ の遺度範囲に加熱し、凝集粒子の重合体粒子間を加熱酸 着させ、非球状粒子を得る。

【0067】以上の操作は全て撹拌操作の下に行われ

【0068】非球形粒子の形成にあたって、重合体粒子 は水性分散液の形で用いられる。

【0070】ノニオン界面活性剤は、散ノニオン界面活 性剤の臨界ミセル形成濃度の1/2以上の濃度になるよ 【0069】この場合、風合体粒子のイオン解離基の一 **都又は全部を解離状態にしておくことが好ましい。** う添加することが好ましい。

合体粒子のガラス転移温度 (Tg) -5℃乃至重合体粒 [0071] 凝集粒子の重合体粒子間の加熱融蓄は、重 子のガラス転移温度 (Tg) +50℃の温度範囲で行う ことが好ましい。

い温度で乾燥することにより粉末として取り出すことが 媒、界面括性刺箏を除去し、非球形粒子が観着を起さな 濾過・洗浄を繰り返し、夾雑物、即ち、虹解質、有機剤 [0072] 上記のようにして得られた非粒径粒子は、

【0073】電子写真用トナーとして本発明の非球形粒 子を用いる場合、電子写真用トナーとして必要な無機像 粒子、有機微粒子等が混合される。

8

4 周平8-59840

[0074] 生理活性物質固定化用担体として本発明の 非球形粒子を用いる場合、前述の如く精製し、乾燥した 非球形粒子を撥衝剤水溶液中に再分散させ用いることが できる。また、さらに洗浄を繰り返し、現雑物を除去し た後に、极衝剤水溶液中に再分散させもよい。

[0075]

【実施例】以下に、本発明を実施例により具体的に説明 するが、本発明はこれらの実施例によって限定されるも のではない。

[0076] 先ず、以下の実施例で使用した重合体粒子 水性分散液を説明する。 2

シル磺酸ナトリウム0.345g (1.196×10-3 [0077] [五合体粒子水性分散液 (PD-1)の作 成] 冷却管、温度計、撹拌装置、窒素導入管をつけた内 脱気したイオン交換水250ミリリットルを入れ、ドデ モル)を溶解した。更に、スチレン24.23g、アク g、tertードデシルメルカプタン 0. 6 gを添加し、盟 容量500ミリリットルの4頭セパラブルフラスコに、 リル酸nーブチル4. 60g、メタクリル酸1. 84

リウム1. 01378を脱気したイオン交換水50ミリ -3モル/しであり、ドデシル強酸ナトリウムのCMCは 内温を70℃に昇温した。このままの状態で、過硫酸カ の時のドデシル硫酸ナトリウム濃度は、3.99×10 リットルに治解した頂合開始剤水溶液を浴加した。(こ 東気流下、500 гр mの撹拌協度で撹拌を行いつつ、 8×10-3モル/1である。)

0.3ガラスフィルターで建過を行い重合体粒子水性分散 この状態で7時間瓜合を行った後、窒温まで冷却し、N 液 (PD-1)を得た。 [0078]光散乱電気泳動粒径固定装置ELS-80 0 (大塚電子工衆(株)製)を用いこの瓜合体粒子水性 8020(東ソー(株)製)を用い、また、ガラス転移 温度を熱分析装置TA-50 ((株) 島津製作所製)を び分子屋分布(Mw/Mn)を高速GPC袋屋HLC-0. 23 μmであった。更に広量平均分子量 (Mw) 及 分散液 (PD-1)の粒径を測定したところ平均粒径

[0079] 得られた結果を、投1に示す。 用いて顔定した。

【0080】 [瓜合体粒子水性分散液 (PD-2)の作 成] 冷却管、温度計、撹拌装置、證紫導入管をつけた内 脱気したイオン交換蒸留水50ミリリットルにドデシル 硫酸ナトリウム 0.3 4 5 gを溶解し、更にアルミニウ 容量500ミリリットルの4頭セパラブルフラスコに、 ムカップリング剤(プレンアクトRALーM、味の紫

(リーガル330R、キャポット社製) 2. 678を溢 加し、超音波分散を行って得たカーボンブラック分散液 を添加した。これに、脱気したイオン交換蒸留水200 (株) 製) 0.053gで処理したカーボンブラック

4. 238、アクリル酸nーブチル4. 608、メタク ミリリットルを加え希釈を行い、次いで、スチレン2

特開平8-59840

* 散液(P D – 2)の作成において、カーボンブラックに 変えて、シアン顔料 (KET Blue 104、大日 本インキ化学工業 (株) 製) 、マゼンタ顧料 (P I N K

g を添加し、超素気流下、500 r p mの気特速度で抗 3.3ガラスフィルターで建過を行い肌合体粒子水性分散 **卑を行いつつ、内温を70℃に昇温した。このままの状** Jル殿1. 84g、tertードデシルメルカプタン0. 6 頭で、過硫酸カリウム1.0137gを脱気したイオン 交換水50ミリリットルに治解した重合開始剤水溶液を 3.99×10-3モル/しむもり、ドデシル構製ナトリ この状態で7時間瓜合を行った後、窒温まで冷却し、N **添加した。(この時のドデシル硫酸ナトリウム濃度は、** クムのCMCは8×10-3モル/1である。)

イエロー顔科 (KET Yellow 403、大日本

E02 Toner Grade、ヘキスト社製)、

分散液 (PD-2)の作成と同様にして瓜合体粒子水性 分散液 (PD-3)、 (PD-4)、 (PD-5)を作 [0084]光散記電気泳動粒径測定装置ELS-80 0 (大塚電子工業(株)製)を用いこの瓜合体粒子水性 分散液(P D – 3)、(P D – 4)、(P D – 5)の粒 28μm、0.30μmであった。更に重量平均分 子嵒(Mw)及び分子盤分布(Mw/Mn)を高速GP C校置HLC-8020 (東ソー (株) 製)を用い、ま

径を測定したところ、それぞれ平均粒径0.24µm、

インキ化学工業(株)製)を用いた他は取合体粒子水性

0 (大塚虹子工衆(株) 製)を用いこの瓜合体粒子水性 8020 (東ソー (株) 製)を用い、また、ガラス転移 温度を熱分析装置TA-50 ((株) 島津製作所製)を [0081]光散乱机気泳動粒径測定接置ELS-80 0. 19 μmであった。更に宜量平均分子量 (Mw) 及 **び分子嵒分布(Mw/Mn)を高速GPC校園HLC−** 分散液 (PD-2)の粒径を測定したところ平均粒径

夜 (PD-2) を得た。

た、ガラス転移温度を熱分析鼓置TA-50 ((株) 島

[0085] 得られた結果を、要1に示す。

[0086]

[長1]

串製作所製)を用い顔危した。

[0082] 得られた結果を、按1に示す。

[P D − 4) 、 (P D − 5) の作成] 瓜合体粒子水性分 * [0083] [取合体粒子水性分散液 (PD-3)、

ガラス転移過度 62.8 61.9 62.3 62.6 61.7 9 分子量分和 DAW/Mn) 2.24 2.48 2.23 2.18 2.39 重手中均分子量 3.2×10^{4} 2.6×10^{4} 2.6×10^{4} $2.5 \times 10^{\circ}$ 4.3 × 10 (MA) 平均位便 0.23 0.19 3 0.24 0.28 0.30 PD - 6 PD - 1 PD - 2 PD - 3 PD - 4

に、5規定の水酸化ナトリウム水溶液を添加し、pH= タクリル酸ユニットを、ナトリウム塩の形にし、解離状 9. 0に関整し、肌合体中のイオン性解離基を有するメ 態にした。これを冷却管、撹拌袋団、温度計付き500 ミリリットルの4頭セパラブルフラスコに入れ、室温下 瓜合体粒子水性分散液(P D−1)250ミリリットル 250・rpmで低控した。

[0087] ここに、塩化カリウム10. 258を50 ミリリットルの蒸留水に溶解した凝集剤水溶液を添加し た。この状態での、凝集剤濃度は0.5モル/1であ

合の瓜合体粒子水性分散液(PD−1)における臨界凝∞ [0088]なお、光散乱電気泳動粒径測定装置ELS ムの液度を変化させせータ電位を測定し、ゼータ電位が 低下しだす変曲点から凝集剤に塩化カリウムを用いた場 -800 (大塚電子工業 (株) 製)を用い、塩化カリウ

【0089】更に、2 ~プロパノ~ルを42.5ミリリ **集濃度を求めたところ、0.12モル/1であった。**

00gを蒸留水10ミリリットルに溶解した水溶液を添 [0090] なお、ポリオキシエチレン (10) オクチ ットル添加し、次いで、ポリオキシエチレン (10) オ クチルフェニルエーテル(和光純楽工業(株)製) 2.

ットルであり、この状態でほぼ臨界ミセル形成濃度にな ルフェニルエーテルのCMCは0. 7g/100ミリリ [0091] 更に、撹拌しつつ内温を85℃まで昇温 っている。

ş

00 ((株) 島津製作所製)を用い、得られた非球形粒 [0092] レーザー回折粒度測定装置SALD-11 子(1)の体積平均粒径(d 50)及び粒度分布(σ 50/ し、そのまま6時間反応を続け、次いで、窒温まで下 げ、非球形粒子分散液を取り出した。

d₅₀) の**湖**定を行った。

[0093] 更に、フラスコ壁及び撹拌翼に固着した簠 合体を回収し、先に取り出した非球形粒子分散液中の粒

を1. 50g、1. 00g、0. 50gと変更し、ま

규 \$\$ 西安社 **补贴** 本的配 **林妮** 97.3 79.3 98.6 98.7 88.1 ŝ 粒度分布 (0 m/qm) 0.48 0.45 0.45 0.48 0.48 存值中均知何 3 3 5 5 5 5.42 5.37 6.41 5.48 5.61 机块形位子 (1) 好缺形粒子(4) 非球形粒子 (2) 非球形粒子 (3)

粒子 (1) ~ (4) は粒度分布が非常に狭く、更に、収 数2の結果から、本発明の方法に従って作成した非球形

~(P D — 5)を用い、また、使用するノニオン界面括 に代え、表3に示す塩合体粒子水性分散液 (PD-2) 奥施例1において、重合体粒子水性分散液(P D-1) [0097] 奥施例2

界面活性剤の使用盈を表3に示すようにした以外は英雄 例1と同様にして非球形粒子 (6)~ (21)を作成し 【0098】なお、塩化カリウムを用いた場合の、 取合 体粒子水性分散液 (PD-2)~(PD-5) における 臨界凝集濃度は、それぞれの、10モル/リットル、

0. 13モル/リットルであった。

[表3]

性剤を装3に示すノニオン界面活性剤に代え、ノニオン

[0099]

9

* (2)、(3)、(4)、(5) 作成し、それぞれにつ いて、上記と同様にして体積平均粒径及び粒度分布の調 [0095] 得られた結果を扱2に示す。 定し、また、収率の砌定を行った。 子重量とから収率を算出した。

た、添加しなかった以外は上配と同様にして非球形粒子* ルフェニルエーテル (和光純凝工鉄 (株) 穀) の添加量 【0094】更に、ポリオキシエチレン(10)オクチ

[9600]

[表2]

供政形粒子 (5)

率が良好なことが分かる。一方、比較の非球形粒子

(5) は、粒度分布は本発明と同等に狭いものである

が、収率が落ちることが分かる。

0. 11モル/リットル、0. 09モル/リットル、

 Ξ

13

8

호 +28年 귀 ਲ 표 호 林路斯 4克里 大名里 林紀里 大名用 本密理 子名 大船里 林紀甲 **米架型** 新な 斯西格雷 斯古 斯古 斯 (g/100 m.f) .5 2.6 2.5 2.8 2.5 2.5 0: 5.0 3.0 5.6 2.6 2.5 2.6 2.5 2.5 エチレンソルビタンエステル ドデンルベンセンスルセン語 ナトリウム (0C111110)(CH1CH10)1H エチレンソルピクンエステル エチレンソルビタンエスチル カノスガスキン製ボリメキツ カノスヤアロン製ポリオキツ ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーチル スチレンソルビテンエスチル ポリオキシエチレン(10) オクチルフェニルエーテル オクチルフェニルエーチル キノシション製まりメキツ ポリオキシステレン(10) もノギフイン製ポリオキシ ポリオキシエチレン(10) ノニルフェニルエーチル スチアリン酸ポリオキシ しょ器セノスナアリン製 ドチンル硫酸ナトリウム C.H.N(CH.),Cf 的图布有效 エチフン 水性分散数 留化カリウム 養質 (EA/1) 0.3 0.5 0.5 0.8 0.5 9.0 0.5 9.9 9. 0.3 0.5 0.9 0.5 9.0 0.5 ₽ D D - 3 PD - 2 PD - 2 PD - 3 PD - 2 PD - 2 PD - 2 PD - 8 PD - 4 PD - 6 PD - 3 PD - 2 PD - 2 PD - 2 PD - 2 PD - 3 셪 中球形位于 14日日十 证的位于 中国市地位于 中形位子 计型设计 中国的位 1. 数据数字 は形成子 8 Ξ 8 9 3 9 8 3 8 8 8 3 € 9

[0100] (聚4) 1と同様にして体徴平均粒径及び粒度分布の勘定し、ま 30 **得られた非球形粒子(6)~(21)について、寒瓶例**

た、収率の調定を行った。得られた結果を要4に示す。

12

7

23

特開平8-59840

共成 H N # ₩ H B 米別型 **有器 大松** 大器 水泥町 本発用 **林郑**里 水泥型 大路 大名 松野 大学 83 94 8 9 8 8 8 85 93 83 23 7 89 82 9 6 放政分布(クライク) 0.47 0.48 0.43 0.42 0.48 0.51 0.52 0.49 0.53 0.48 0.61 0.48 0.58 0.48 0.57 0.51 | 本色質器 (4.0) 5.18 6.15 6.73 5.48 99'9 5.92 6.13 6.52 6.33 5.28 5.02 5.32 6.03 6.37 6,32 8.38 非双形粒子 (11) 非球形粒子 (12) 年缺形粒子 (13) 库勒形粒子 (18) 非球形粒子 (11) 弗勒形粒子 (18) 非球形粒子 (18) 非效形粒子 (21) 串球形粒子 (10) #禁形粒子 (14) 非球形粒子 (15) 库草形粒子 (20) 存填形粒子(8) **非球形粒子 (7)** 非理形粒子(8) 非球形粒子(8)

表4の結果から、本発明の方法に従って作成した非球形 比較の非球形粒子(18)~(21)は、収率が低いこ 粒子(6)~(17)は残渣が少なく、収率が高いが、

お数

2.6

ポリーN-ピロシドン

0.5

62

及び比較の非球形粒子 (21)を濾過した後、純水を用 実施例 2 で得られた本発明の非球形粒子(6)~(9) [0101] 奥施例3 とが分かる。

グキャリアを用意し、前記トナーとトナー濃度が8%に を、低温・低温度(10℃、20RH%)及び高温・高 *クリル酸メチル共瓜合体でコーティングしたコーティン 湿度 (40℃、80RH%) の条件において砌定した。 [0102] 得られた現像剤(1)~(5)の荷電量 なるよう混合し、現像剤(1)~(5)を作数した。 8

桔果を以下の表5に示す。 [0103]

に、平均粒径 6 0 μ m のフェライトコアをスチレンーア *

(Tg) 以下の温度で乾燥し、トナー粒子とした。更 い何度も洗浄を繰り返し、各重合体のガラス転移温度

12.0 数据复数 3 5. . 3 5.0 高超·高温度 [40℃,80四%] - 14.5 - 21.5 - 24.0 - 22.0 - 19.5 非職者 [a C/8] 低型・低程度 [10℃, 20RH%] - 21.6 - 28.5 - 23.0 - 24.5 - 22.0 **現像剂 (3)** 現像拠 (4) 現像剤 (5) 超音器(1) 現保机(2)

光 80

大地 大學 共数

大学

の帯電量との間の差が非常に小さいことが分かる。一方 表5の結果から、本発明の現像剤(1)~(4)は、低 温・低湿度の条件下での帯電量と高温高温度の条件下で

比較の現像剤(5)では帯電量の差は大きく、実際の環 境下で、電子写真方式の複写機、プリンターのトナーと

50 して用いるには問題がある。

(13)

24 * 0 %R H) の条件下で各 1 0 0 0 ブリントゴンコピーを

S

英施例3で得られた現像剤(1)~(4)を用い、コニ カリーBix 9028 (コニカ株式会社製) でテスト [0104] 與施例4

低温 (10℃、20%RH)、高温·高温(40℃、8* チャートを常温・常湿 (25℃、55%RH) 、低温・

行い、最大濃度の変化を闘べた。得られた結果を表6に **计**级型 大路野 本犯明 **林**紹斯 高酒·高温度 [40℃,80欧H%] 1.36 1.33 1.31 1.30 [0105] [泰6] まず 低道・低温度 [10℃、20RH%] 1.34 1.35 1.38 1.37 特徴・特徴度 (25℃、56881%) 1.35 1.32 1.36 1.31 田保姓(4) 成験性(二) 世代 (2) 班像姓(3)

数6に示されているように、本発明の現像剤は安定した

[0106] 英柏列5

東協倒1で得られた非球形粒子 (1) ~ (5)を濾過、

トルのリン酸塩穀街液 (pH=7.2) に再分散し、D 20 応を行った後、濾過し、0.5モルノリットルのリン酸 カライド水溶液 [0.5モル/リットルリン酸塩殻衝液 洗浄し、乾燥した。得られた粒子を、0. 5モルノリッ CC及びグルコアミラーゼを添加し、5℃で24時間反 塩馥街液 (pH=7.2) で洗浄を行った。得られたグ ルコアミラーゼ固定化粒子を同瓜畳で、恒温ジャケット 付きカラムに充填し、37℃に保温しつつ、オリゴサッ (pH=7.5)]を通復した。5時間後にオリゴサッ

カライド水浴液を分取し、高速液体クロマトグラフィを 用い、生成したグルコースを定量したところ、本発明の 非球形粒子を担体として用いた場合、圧損失もなく、グ ルコースへの転化率も98%と良好であった。

よりなる生理活性物質固定化用担体は、生理活性物質の 分布が狭く、機械的強度が高い粒子会合型非球形粒子を する電子写真用トナーは、希電分布が優れ、解像度が高 く、カブリ、飛散等が生じにくく、得られた非球形粒子 [発明の効果] 本発明によれば、粒径が制御され、粒度 高い収率で合成でき、また、得られた非球形粒子を含有 担特量が多く、通液の際の圧損失が小さい。 [0107]

待開平8-59840